

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-11130

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)1月20日

G 01 N 21/67

A-7458-2G

審査請求 未請求 発明の数 2 (全19頁)

⑮ 発明の名称 液状導電性材料の現場分析

⑯ 特 願 昭61-56013

⑰ 出 願 昭61(1986)3月13日

優先権主張 ⑱ 1985年3月13日 ⑲ 米国(US) ⑳ 711350

⑳ 発 明 者 マリオ・アンドレス・ アメリカ合衆国ニューハンプシャー州03053, ロンドンデ
セイNZ リー, ウィンターウッド・ドライブ 84
㉑ 出 願 人 アライド・コーポレー アメリカ合衆国ニュージャージー州モリス・カウンテ
ション イ, モリス・タウンシップ, コロンビア・ロード・アン
ド・パーク・アベニュー (番地なし)
㉒ 代 理 人 弁理士 湯 浅 恭 三 外5名

明 細 書

1. [発 明 の 名 称]

液状導電性材料の現場分析

2. [特 許 請 求 の 範 囲]

(1) (a) 内側ハウジングをプローブハウジング内の
選ばれた縦位置に配置し;

(b) スパーク電極を内側ハウジング内の収縮し
た位置に配置し、これによりスパーク電極の放電
部が内側ハウジングの試料採取用末端部から内側
へ第1の選ばれた距離だけ間隔を置いて配置され;

(c) 液状材料のアリコート試料を、プローブハ
ウジングにより定められかつ内側ハウジング試料
採取部およびスパーク電極と流体連絡をもつ試料
採取チェンバー中へ導入し;

(d) 選ばれた圧力の非反応性ガス雰囲気を試料
採取チェンバー内に与え;

(e) 上記アリコートの液体自由表面の位置が内
側ハウジング試料採取用末端部の位置と実質的に
同じである基準液面を検出し;

(f) 上記液体自由表面と内側ハウジング試料採

取用末端部の間の相対距離を変化させ、内側ハウ
ジング試料採取部が液体自由表面から移動して選
ばれた分離ギャップ距離だけ間隔を置いて配置さ
れた分離位置を確立し;

(g) スパーク電極を、内側ハウジング内におい
て内側ハウジング試料採取用末端部から内側へ選
ばれた作動距離だけ間隔を置いた作動位置に配
置し;

(h) スパーク電極と液体アリコート自由表面の
間でアーク放電し、これにより上記ガス中の上記
材料の粒子からなるエロゾル試料を生成させ;

(i) 試料採取チェンバーを貫流し、そしてアーク
領域を貫流する前記非反応性ガスの流れを与え、
そして

(j) この非反応性ガスおよびエロゾル試料の
流れを試料採取チェンバーから排出する方向に向
ける

工程からなる、液状導電性材料の試料採取法。

(2) 検出工程(a)が内側ハウジングの試料採取用末
端部から排出されるガス流の選ばれた停止または

特開昭62-11130 (2)

開始を検出する工程からなる、特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(3) 変化させる工程(1)が、プローブハウジングが液状物質内で位置する相対深さを減少させる工程からなる、特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(4) 変化させる工程(1)が試料採取チャンバーに供給される非反応性ガスの圧力を高める工程からなる、特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(5) (a) 非反応性ガスを内包すべく構成された試料採取チャンバーを定めるプローブハウジング；

(b) 液状材料のアリコートを試料採取チャンバー中へ導入するための入口手段；

(c) プローブハウジング内に位置し、これに対し縦方向に移動可能な内側ハウジング；

(d) 内側ハウジングをプローブハウジングに対し縦方向に選択的に配置するためのハウジング調整手段；

(e) 内側ハウジング内に試料採取チャンバーと連絡した状態で配置されたスパーク電極であつて、内側ハウジングに対して縦方向に移動可能であり、

(7) ハウジング調整手段が

(a) プローブハウジングの末端を通過して伸長することができ、実質的に平行な溝がその内周に形成された内側ハウジング先端部；ならびに

(b) プローブハウジングと上記溝の少なくとも1個を選択的にはめ合わせて内側ハウジングをプローブハウジングに対して選ばれた実質的に一定の位置に保持するためのクランプ手段からなる、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取用プローブ。

(8) 電極調整手段が

(a) スパーク電極に連結され、該電極を内側ハウジングに対して縦方向に移動させるべく構成されているねじ駆動機構；および

(b) スパーク電極と内側ハウジングとの相対位置を指示するための測定手段からなる、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取用プローブ。

(9) プローブハウジングが導電性材料から構成されている、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取

スパーク電極と上記液体アリコートの自由表面の間でアーク放電し、これにより上記ガス中の上記材料の粒子からなるエロゾル試料を生成すべく構成された電極；

(1) スパーク電極を内側ハウジングに対し縦方向に選択的に配置して、スパーク電極の放電部を内側ハウジングの試料採取用先端からよりも上記液体自由表面から選択的に離れて位置させるためのスパーク電極調整手段；

(2) 選ばれた圧力の上記非反応性ガスの雰囲気を試料採取チャンバー内に与えるためのガス入口手段；ならびに

(3) 上記のガスおよびエロゾル試料の流れを試料採取チャンバーから排出する方向に向けるための出口手段

からなる、液状導電性材料を試料採取するための試料採取用プローブ。

(10) 内側ハウジングがプローブハウジングおよびスパーク電極と実質的に同軸に位置する、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取用プローブ。

取用プローブ。

(11) プローブハウジングが導電性耐熱材から構成されている、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取用プローブ。

(12) プローブハウジングが炭化ケイ素系耐熱材から構成されている、特許請求の範囲第10項に記載の試料採取用プローブ。

(13) さらに、プローブハウジングの周囲に位置する、プローブを冷却液流で冷却するための冷却コイルを含む、特許請求の範囲第5項に記載の試料採取用プローブ。

8. (発明の詳細な説明)

本発明は液状導電性材料の構成元素を測定するための方法および装置に関する。より詳細には、本発明は溶融合金の構成元素の測定に関する。

合金の物理的特性、たとえば強度、硬度、靱性および耐食性は、一部は金属組成に依存する。特にこれらの特性は構成する合金元素の量に依存する。

合金の組成を測定するためには、一般に溶融合

特開昭62-11130 (3)

金から液体試料を取出し、固化させ、次いで化学的手段または分光測定手段により分析する。分析によつて正確な組成が示されると、溶融物を注型して目的の製品を铸る。効果的な生産には、迅速かつ正確な分析が要求される。溶融物中で継続している化学的過程によつて、試料を取出す時点と分析される時点との間で組成が変化する可能性があるからである。時間の隔りが大きすぎると、分析は溶融物の真の組成を誤らさないかも知れない。

溶融合金の正確な“実時間(real time)”分析を行うための試みが行われている。米国特許第3,659,944号(1972年5月2日にエム・ボジックに交付)は、溶融金属の直接連続分光測定のための装置を開示する。米国特許第3,645,628号(1972年2月29日にエム・ボジックらに交付)は溶融金属の直接分光分析のための装置を提供し、これは使い捨て延長管を備えた光伝達管を含む。米国特許第3,672,774号(1972年6月27日にボジックらに交付)は、溶融金属の直接分光測定試験のための装置を提供

を滅する可能性がある。また、電極から浸食された材料が励起された試料からの発光を妨害するので、スパーク発光法はマトリックス効果をも生じる。放出された光は分光計に導かれなければならないので、光は介在する大気中の分子により、また光学システムに用いられる透過ミラーおよびレンズにより散乱、吸収する。このためには分光計を溶融金属の近くに設置し、また光を導くために特殊な複雑な光学素子を使用しなければならない。

一般に先行技術の装置は溶融金属をサンプリング地点にまでポンプ送りするか、あるいは試料を溶融物表面付近(この場合スラグが分析を妨害する可能性がある)から採取する。このような方法は正確な現場分析を行うのには役立たない。スパーク発光装置も後続の試料および分析を妨害する可能性のある残留蒸気を生成し、またこれらの装置は溶融物の均質性を確認するために溶融組成物上の種々の位置および溶融物内の種々の深さにおいてデータを得ることができない。

米国特許第3,606,540号(1971年9月

する。

米国特許第3,669,546号(1972年6月13日にジェイ・エム・フィルロジエツトに交付)は、電極と溶融金属の表面との間のスパークにより生じる光を受信する特殊な光透過装置を開示する。この装置は光を最小限の変化において分光写真手段へ透過する。

しかしこの先行技術のスパーク発光測定装置は多くの欠点をもつ。スパークは放射線の多くを吸収するので、スパークは効果的な発光を生じるものではない。その結果、生じる発光の直線的な動的範囲はむしろ狭い。スパーク発光分析法の他の欠点は、サンプリングした溶融物の表面がスラグを含まず、材料本体を代表するものでなければならない点である。重要なパラメータは溶融物表面の幾何学性状およびカウンター電極(counter electrode)である。特にカウンター電極と溶融物表面とのギャップ距離、すなわち間隔は常に実質的に一定でなければならない。ギャップ距離の動的変化は分析の正確度および結果の精度

20日にアール・ブイ・ウィリアムズらに交付)は溶融金属を微粒化するためにガス流を用いる。霧状の溶融液滴はガス流によつて導管を経てプラズマ分光計へ導かれる。分光計によつて液滴が分析される。導管内に形成された特殊なガスバリアーは液滴を管壁から離しておくためのものである。しかしウィリアムズらのアトマイザー型の装置は必ずしも十分に満足すべきものではない。このガスアトマイザーによる液滴は一般に流動ガスによつて効果的に輸送するためには大きすぎる。液滴がなお輸送管壁で固化し、管を目詰りさせる可能性がある。また先きの試料の残渣が後続試料の分析を妨害する可能性もある。

米国特許第3,602,595号(アール・エル・ダールキスト)は電源の陽極と試料採取すべき材料との間にアークを生じる装置を開示する。このアークが、材料の液滴を含むエロゾルを生成させ、このエロゾルがガス流によつて分光分析のために運ばれる。米国特許第3,685,911号(1972年8月22日にアール・エル・ダール

特開昭62-11130 (4)

キストらに交付)は毛管内に安定なアークプラズマを発生させる装置を提供する。プラズマ中へ導入された材料は励起されて発光し、これらの発光光線が分光計によつて分析される。

しかしダールキストにより啓示される装置は溶融した材料の信頼すべき、または一貫して再現性のある分析値を与えることができなかった。液状溶融物の表面は波立ち、移動するので、スパークによつて分析に十分な量のエロゾルを一貫して生成するのに必要なスパークギャップを維持するのが困難になる。

従つて一般の装置、たとえば前記のものは、溶融金属につき正確な信頼できる実時間分析を効果的に行うことができなかった。スパーク装置は分光測定のための発光を生じるのには不十分であり、またこれらのスパークシステムは光を分析のために分光計へ伝達するのに複雑な光学素子を必要とした。微粒化システムは輸送管の目詰りを生じやすく、新たな試料がしばしば先きの試料により残された残渣によつて汚染された。しかし後続の分

光分析のためにエロゾルを生成するスパーク装置は、正確な分析のために十分な濃度の粒子を含むエロゾルを溶融試料から信頼性をもつて生成することができなかった。アークは時に分析信号を与えずに液体の移動および排除を生じることがあつた。分析信号がある場合、その強度は経時的に大幅に変動し、この変動のため分析の精度が許容できないほど低下した。さらに、試料採取される液体からの材料がスパーク電極を汚染し、その後の分析を妨げる可能性があつた。

本発明は、液状導電性材料の構成元素を迅速に、効果的に、かつ正確に測定するための方法および装置を提供する。

一般にこの装置は、非反応性ガスを内包すべく構成された試料採取チエンバーを定めるプローブハウジング、および液状材料のアリコートを試料採取チエンバーに導入するための入口手段を含む。内側ハウジングがプローブハウジング内に位置し、これに対し縦方向に移動可能である。ハウジング調整手段が内側ハウジングをプローブハウジン

グに対し縦方向に選択的に配置する。スパーク電極が内側ハウジング内に配置され、試料採取チエンバーと連絡している。この電極は内側ハウジングに対し縦方向に移動可能であり、スパーク電極と上記液体アリコートの自由表面の間でアーク放電し、これにより上記ガスおよび上記アリコートの材料の粒子からなるエロゾル試料を生成すべく構成されている。スパーク電極調整手段が、スパーク電極を内側ハウジングに対し縦方向に選択的に配置して、スパーク電極の放電部を内側ハウジングの試料採取用末端部からよりも上記液体自由表面から離れて位置させる。ガス入口手段が、選ばれた圧力の非反応性雰囲気ガスを試料採取チエンバー内に与え、内側ハウジングを貫流し、アーク領域を貫流し、そして試料採取チエンバーを貫流するガスの流れを与える。出口手段が上記のガスおよびエロゾル試料の流れを試料採取室から排出する方向に向ける。

本発明はさらに液状導電性材料を試料採取するための手段を提供する。この方法は内側ハウジ

ングをプローブハウジング内の選ばれた縦位置に配置する工程を含む。スパーク電極が内側ハウジング内の取締した位置に配置され、これによりスパーク電極の放電部が内側ハウジングの試料採取用末端部から内側へ第1の選ばれた距離だけ間隔を置いて配置される。液状材料のアリコート試料が、プローブハウジングにより定められかつ内側ハウジング試料採取部およびスパーク電極と流体連絡をもつ試料採取チエンバー中へ導入される。選ばれた圧力の非反応性ガス雰囲気ガスを試料採取チエンバー内に与えられ、基準液面が検出される。基準液面において、上記アリコートの液体自由表面の位置は内側ハウジング試料採取用末端部の位置と実質的に同じである。液体自由表面と内側ハウジング試料採取用末端部の間の相対距離を変化させ、内側ハウジング試料採取部が液体自由表面から移動して選ばれた分離ギャップだけ間隔を置いて配置された分離位置を確立する。スパーク電極が内側ハウジング内において内側ハウジング試料採取用末端部から内側へ選ばれた作動距離だけ間隔を

特開昭62-11130 (5)

置いた作動位置に配置される。スパーク電極と液体アリコート自由表面の間でアーク放電し、これにより上記ガス中の上記材料の粒子からなるエーロゾル試料を生成させる。試料採取チャンバーを貫流し、そしてアーク領域を貫流する前記非反応性ガスの流れが与えられる。この非反応性ガスおよびエーロゾル試料の流れが試料採取チャンバーから排出する方向に向けられる。

縦方向に移動可能な内側ハウジングにより、内側ハウジングをプローブハウジング末端から内側へ、特定の液体の試料採取に最適な距離を置いた位置に有利に設定しうる。縦方向に移動可能なスパーク電極により、電極が収縮した位置に配置され、これによりプローブが液状材料中へ挿入される際に電極の汚染が最小限に抑えられる。さらに、移動可能なスパーク電極によつて、電極をスパークギャップ距離に配置することができ、これは試料採取される個々の液状材料につき最適なものに行うことができる。

離れた位置にある分析手段と流体連絡をもつエ

ーロゾル発生プローブという配置は、溶融金属または腐食性液体などの材料中における構成元素の長時間定量分析に特に有利である。これらの材料を用いる製造過程は、分光計およびコンピューターの高感度の電子工学および機械工学にとつて著しく不都合な環境で行われる場合が多い。たとえば、鋼炉付近に位置するコンピューターに必要とされる空調を行うことは実務的でない。さらに分光計および/または光検送用光学素子は一般に清浄な光学表面を要求する。溶融金属はこれらの表面に凝縮してそれらの性能を低下させる粒子を生じる可能性がある。しかし本発明の装置は、分析手段を分析用に定められた一定容積の液体から100フィート(約30m)以上の位置に置くことができる。

一般の電気発光分析システムにおいては、単一の発光放電が試料から原子を浸食し(または他の形で試料材料を取出す)、分散させ、脱溶媒和し、微粒化し、イオン化し、特に励起することが求められる。本発明は有利には別個の試料採取工程および励起工程を備えており、従つて妨害するマトリックス効果を最小限に抑えることができる。さらに試料採取工程および励起工程の独立した制御によつて、各工程を最適なものにすることができる。誘導カップリングしたプラズマにより生じる放射発光の強度の直線的な励起範囲はスパークにより生じる発光の直線的な励起範囲よりも著しく大きいので、本発明は濃度を測定しうる有効範囲がより大きい。また本発明によれば代りにエーロゾル試料を生成し、次いでこれを離れた位置にある励起手段へ輸送することによつて、光を離れた位置にある分光計へ伝送するために複雑な光学素子を使用することが避けられる。エーロゾル試料は輸送管を目詰りさせることなく数百フィートの距離を輸送することができ、新たな試料が先の試料により汚染されることは実質上ない。

さらに本発明は試料採取される液体とスパーク電極の間に選ばれたスパークギャップ距離を与え、これを維持することができ、かつアーク領域に制御された流量および流速を与えることができる。

これらの装置により、分光分析器により分析した際に一貫した高い強度の信号を与えることができるエーロゾル試料を信頼性をもつて生成するという本発明の可能性が改善される。

本発明は有利には溶融物内の選ばれた深さの位置に配置しうる操作可能な試料採取用プローブを含み、これにより上層のスラグを避けて正確な現場測定値が得られ、溶融物の組成および均質性を測定することができる。付随する分光計は光学カップリングを生じることなく離れた位置に配置することができるので、これをより簡便に設置し、操作できる。

従つて一般のスパーク発光型およびガスアトマイザー型の装置と比較して本発明は導電性液体(たとえば溶融合金)の現場試料をより効果的にかつより正確に分析する。種々の位置から採取した試料は液体の組成および均質性についての実時間情報を与え、これによつてこれらの因子をより厳密に制御することができる。

本発明は、自動合金添加を達成するのに適した、

特開昭62-11130 (6)

ハードウェア、温度測定のための光学的高温計、ならびにこれらの個々の過程を制御するためのコンピュータハードウェアおよびソフトウェアと組合せた場合、金属製造過程全体を完全に自動化することができる。本発明により得られる組成測定値を用いて、冶金学的添加成分の性質および量を判定することができる。たとえば鋼の製造に際して、温度および組成の組合せ測定により、BOF (Basic Oxygen Furnace、基礎酸素炉) 溶融物中へ鉄素を導入する速度および様式を判定することができる。この方法の潜在的利点にはエネルギー、材料および労務費の低減が含まれ、一方では同時に製品の品質の改良が保証される。

本発明の好ましい実施態様に関する下記の詳細な記述および添付の図面を参照すると本発明はより十分に理解され、他の利点も明らかになるであろう。

第1図は分光分析システムの略図を示す。

第2図は本発明の装置の略図を示す。

第3図は本発明の現場用プローブの略図を示す。

第12図は調節可能な内側ハウジングおよび調節可能なスパーク電極を備えた本発明のプローブ形状の縦断面図を示す。

本発明の好ましい実施態様を溶融合金の分析に関して記述するが、本発明を用いていかなる導電性液体をも分析できることは明らかである。たとえば、めつき浴を連続的に監視し、浴中の材料の適切な濃度を維持するための添加を行うことができる。またフッ化ナトリウムを用いてボーキサイトを精錬してアルミニウムを製造する際にも、ナトリウムとアルミニウムの最適比率を維持するためにスラリーを監視することができる。

図面の第1図については、一般に試料採取手段1および分析手段からなる先行技術の分析装置の略図が示されている。分析手段には励起手段2および検出手段3が含まれる。検出手段3には分光計4およびコンピュータデータ処理装置30が含まれる。

試料採取手段1は操作可能な状態でスパーク電極に接続したスパーク発生手段7を備えている。

第4図は本発明のプローブの縦断面略図を示す。

第5図は他のプローブの断面略図を示す。

第6図はスパークギャップの調節が不適切である状態に關する、時間の関数としての分析器出力信号強度の代表的プロットを示す。

第7図はスズ(Sn)を含有する溶融物試料に關する、時間の関数としての分析器信号強度(波長303.28nm)の代表的プロットを示す。

第8図は金(Au)を含有する溶融物に關する、時間の関数としての信号強度(波長267.60nm)の代表的プロットである。

第9図は銅(Cu)を含有する溶融物に關する、時間の関数としての信号強度(波長324.75nm)の代表的プロットである。

第10A-10Dは溶融はんだに含有される4種の元素に關する、有効濃度の関数としての測定濃度の代表的プロットを示す。

第11図はエーロゾル生成スパークに供給された電力の関数としての分析器の信号強度の代表例を示すグラフである。

非反応性ガス、たとえばアルゴンガスが加圧されたガスの供給源12から適切な導管9を経て試料5へ導かれ、適切な雰囲気を与える。次いでスパーク発生器7が試料5(導電性材料)と電極46の間でスパーク放電する。スパーク8によつて少量の粒子が試料から浸食されて、アルゴンガス中のエーロゾル試料を生成する。このエーロゾル試料は各元素を試料5内に認められる濃度で含有するであろう。加圧されたアルゴンガスが次いで励起手段2による励起および分光計4による測定のために、導管10を経てエーロゾル試料を分析手段へ輸送する。

第2図は本発明の装置の略図を示す。本発明の各構成要素は先行技術の分析装置のものに類似するが、ただし本発明の場合スパーク電極46がプローブ71の内側に入れられ、試料5の代わりに導電性液体からなる試料アリコート50を用いる。プローブ手段71を導電性液状材料(たとえば鉛酸合金36)に挿入して、そのアリコート容積50をプローブ内に定めることができる。非反応

特開昭62-11130 (7)

性ガス(たとえばアルゴンまたはヘリウム)が加圧されたガス供給源12から導管9を経て供給され、アリコート試料上に非反応性ガスの雰囲気を与える。調節器90が導管9を通るガスの圧力および流速を制御し、モニター88がプローブ71に与えられる圧力および流速を監視する。任意の調節器63は導管10を通るガスの圧力および流速を制御することができ、任意のモニター89はプローブ71と励磁器2の間に与えられる圧力および流速を監視することができる。本発明の好ましい観点においては、調節器90により選ばれる操作圧力を決定するために、溶融物の密度および試料採取の深さが採用される。励磁器2の流速はこのシステムのオリフィスを制限することによつて、たとえば導管9、プローブ71または導管10にあるオリフィスを制限することによつて定められる。

試料採取手段6は融食、浸食その他の様式で非反応性ガス中におけるきわめて微細な粒子のエーロゾルを生成する。加圧されたガス流によりエー

ロゾルが流体導管10を経て、離れた位置にある励起手段2および検出手段3からなる分析手段へ輸送される。励起手段はエーロゾル粒子中の材料を励起して特徴的な発光スペクトルを生じ、これが分光計4およびコンピューター30からなる検出手段3により分析される。

試料採取手段6は、スパーク発生装置7およびこれに付随するプローブ内電極46からなるものが好ましい。しかし他の手段、たとえばレーザー、イオンビーム、高周波ビーム、マイクロ波ビーム、または超音波装置などをプローブ71と共に用いて、アリコート50中に認められる濃度の元素からなる目的のエーロゾル粒子を発生させることは明らかである。

励起手段2はたとえば加熱により粒子を励起し、粒子からこれに含まれる構成元素に特徴的な原子発光スペクトルを放射させる。放出される放射線(発光スペクトル)の特徴的な周波数により構成元素が確認され、放射線の強度はその量を示す。図示された実施態様においては、エーロゾル試料

はプローブ71から導管10および任意のチェンバー14を経て、高周波発生装置17により励起される誘導カップリングされたプラズマトーチ16中へ向けられる。プラズマトーチはエーロゾル試料中の原子を励起して特徴的な発光スペクトル18を放射し、次いでこれが検出手段3によつて検出される。

検出手段3は励起手段2と共に離れた位置にあり、分光計4およびコンピューターデータ処理手段30からなる。図示された実施態様においては、放射線が分光計4の入口スリット20から入り、反射型回折格子22(第1図)により各種スペクトル周波数に分離され、分散される。分離された各周波数の放射線は出口スリット24から出て増幅装置(たとえば光電子増倍管26、入射スペクトルにより生じる各種信号を増幅する)に入る。増幅された出力信号は積分手段28で積分され、コンピューター30でデータ処理されて、溶融物36中の構成元素およびその量の読みを与える。好ましくはコンピューター30は試料採取手段1

のスパーク強度を制御するためのフィードバック手段19をも含む。

溶融合金を調製する際には、溶融物の組成を迅速かつ正確に監視することが重要である。溶融物の組成が固体金属の物理的特性、たとえば強度、硬度、靱性、耐食性および耐疲労性を実質的に決定するからである。原料を溶融物に導入するのに伴つて、正確な量の合金元素および接種物(innoculant)を添加して、目的とする溶融物組成を維持しなければならない。従つて、必要な合金元素および接種物の添加量を決定するためには、溶融物の正確な分析が必要である。本発明の現場試料採取用プローブは材料の試料を溶融物中の種々の位置から迅速かつ効果的に取出すのに特に好適である。このプローブは選ばれた位置および深さに移動させて一定容積の溶融金属試料を迅速に採取することができる。

第3図および第4図は本発明の試料採取用プローブ(一般に70)をより詳細に示すものであり、この場合、長いプローブハウジング32が試料採

特開昭62-11130 (8)

取チエンバー34を定める。導管62、環66、開口68およびノズル54からなるガス供給手段がチエンバー34内に非反応性ガスの雰囲気を与える。オリフィス40および場合により弁38からなる入口手段が導電性材料を試料採取チエンバーへ導入する。ギャップ調整手段、たとえば液面センサー/検出器42および操作部92が、液体の自由表面55とスパーク電極46の間の選ばれたスパークギャップ距離を測定し、選択的に調整する。電極46はカウンター電極とも呼ばれる。圧力調整手段、たとえば弁31は非反応性ガスの圧力を調整して、スパーク電極46と液体自由表面55の間に実質的に一定のスパークギャップ距離76を維持する。スパーク電極46および外側電極48は、スパーク電極46とここに導入された容積の導電性材料の自由表面55の間でアーク放電すべく構成および配線されている。このスパークにより、ガス中における上記材料のエロゾル試料が生成する。次いで加圧手段41が、エロゾル粒子を液体アリコート50から掃去するの

直7に接続する。

加圧された非反応性ガス、たとえばアルゴン、ヘリウムまたはネオンが導管62を経てハウジング32に入り、環66を通過し、次いで開口68およびノズル54を経てチエンバー34に入り、チエンバー34内に非反応性の雰囲気を与える。ガス出口開口61の大きさを調整することにより、また適切な制御手段(たとえば弁31)によつてガスの圧力を制御することにより、不活性ガスはチエンバー34内の液面を調節することもできる。不活性ガスはチエンバー34からオリフィス61および導管60を経て流出し、次いで弁63によつて選択的に方向づけられ、導管58を貫流してこのシステムをバージするか、あるいは導管10を貫流する。導管60および10を流る方向に向けられるガス流はエロゾル試料をチエンバー34から励起手段2へ移動させるための輸送手段の一例となる。場合により存在する弁38は溶融金属がオリフィス40を経てチエンバー34へ入るのを制御し、チエンバー34内に配置されたレ

に十分な流速でアーク52領域のガスを移動させ、流動させる。次いでこの流動ガスがエロゾル試料をチエンバー34から分析手段の励起手段2へ輸送する。次いで分析手段がエロゾル試料を分析して、液状導電性材料の構成元素を測定する。

プローブハウジング32は、分析される個々の液体の温度および腐食作用に抵抗性の材料から構成される。溶融金属用プローブの場合、ハウジング32は好ましくは非腐食性の高融点金属(たとえばステンレス鋼)または耐熱材料たとえばアルミナ(Al_2O_3)またはセラミックスから構成される。

電力リード線44がハウジング32内へ伸びてスパーク電極46と接続しており、スパーク電極はチエンバー34内の操作可能な位置にある。リード線44は電気絶縁体56によつてプローブハウジングから遮断され、外側電極48はそこに含まれる液体と操作可能な電気接点を形成すべく調整されている。そして電極46と48が操作可能な状態で適切なリード線によつてスパーク発生装置

へル検出器はこの中の液面を検出する。しかし好ましくは、液体貫流オリフィス40はチエンバー34内の不活性ガスの圧力によつて制御される。

溶融金属中での試料採取操作に際しては、加圧された非反応性の、または不活性のガスがノズル54を経てチエンバー34中へ流入し、オリフィス40および開口61の双方を経てチエンバーから排出される。最初の高圧ガス流の一撃[約20 L/分および圧力40 psi (約2.8 kg/cm²)]が弁63によつて導管58を流る方向に向けられ、分析を妨害する可能性のある残留材料をこのシステムからバージする。バージののち、ガス流は減少し、弁63によつて導管64を流る方向に向けられる。プローブ70は頂部のスラグ層37を通過して溶融合金36中へ挿入され、適切な位置調整手段により溶融物中の希望する深さおよび位置に選択的に配置される。この位置調整中はガスの圧力は溶融物の金属静圧ヘッドを越えるに調節され、これにより金属またはスラグがチエンバー34に入るのが阻止される。プローブ70が目的に従つ

特開昭62-11130 (9)

て配置されると、チエンバー34中のガスの圧力を低下させ、これにより液面下の一定容積の液体金属がオリフィス40を経てチエンバー34に入る。これにより材料のアリコート50がチエンバー内に供給される。レベル検出器42からなるギャップ指示手段が、スパーク電極46と液面55の間のギャップ距離を定める液面を検出する。適宜なスパーク開始液面に達した時点でスパーク発生装置7が約12〜17KVの高い電圧を電極46と48の間に与え、電極46と液体表面55の間にアーク52を発生させる（すなわち放電する）。アーク52は材料をその表面55から浸食し、これにより不活性ガス中における金属のエロゾル試料を生成する。不活性ガス流によりこのエロゾルがオリフィス61を経て輸送され、導管60および10がエロゾルを励起手段2中のプラズマへ導く。エロゾルが長距離にわたってガス流により効果的に輸送されるためには、エロゾル粒子の寸法は約0.1 μ m以下でなければなら

ないものにする。

蒸発および化学反応の結果、金属製造過程における溶融物の組成は動的である。従つて、時間が経過するとチエンバー34内のアリコート50はもはや溶融物の試料36を代表しなくなる。試料の抜くすものが適正であることを保証するために、頻繁に溶融物試料36から追加のアリコートを採取すべきである。新たなアリコート50は、古いアリコートをチエンバー34から溶融物本体36中へ押し戻すのに十分な程度にプローブ71内の圧力を高め、次いでプローブ71内にもとのガス圧力を回復させることによつて得られる。これにより新たなアリコート50がチエンバー34中へ入り、ギャップ76を再確立する。これは先きに設定されたスパークギャップと実質的に変わらない。

第5図は特に有利なプローブ形状の断面略図の代換例を示す。これは本発明の他の観点である。プローブ71は外側プローブハウジング32を含ま

ない。本発明の方法および装置は、直径約4〜100 μ mのエロゾル粒子を有利に生成する。

特定の励起手段2の要件に調和した注入速度を得るために特定のガス流速を選ぶ。たとえば励磁器および分光計がヤレル・アッシュ社（マサチューセッツ州ウエルサム）により製造されるモデル86-632からなる場合、好ましいガス流速は約0.6〜1L/分である。

励起された材料試料からの輻射発光スペクトルは分光計4およびコンピューター30によりデータ処理され、試料の構成元素およびその量が測定される。分析の読みは約60秒以内に得られる。好ましくは、コンピューター30はチエンバー34内のスパーク発生装置およびスパーク開始液面を制御するフィードバック信号を与えるべく操作可能な状態に接続されている。このフィードバックにより電極46と表面55の間のスパークギャップ距離を調節して、スパーク52の強度を最

む。これは試料採取チエンバー34を定め、好ましくは管状、円筒形の形状をもつ。チエンバー34はこれと連絡して配置されたスパーク（カウンター）電極46をもち、非反応性ガスを内包する構造をもつ。ハウジング32の一端に配置された開口40は導電性液体36のアリコート32をチエンバー34中へ導入する入口手段を提供する。

スパーク電極46は試料採取チエンバー34と連絡をもち、電極46と液体アリコート50の自由表面55の間でアークを発生させる（すなわち放電する）べく配置されている。アークは非反応性ガス中における導電性材料粒子からなるエロゾル試料を生成する。

内側ハウジング78はプローブハウジング32内に堅固に固定配置され、プローブハウジング32およびスパーク電極46と実質的に同軸に位置する。管状の内側ハウジングは電極46の周囲に位置し、開放した末端部分94をもち、これが試料採取チエンバー34と連絡する。電気絶縁体56が電極46をハウジング78から遮断し、こ

特開昭62-11130 (10)

の電極を内側ハウジングに対して固定された関係に保持する。内側ハウジング78は下方へ電極46よりも一定距離72だけアリコート50に近接して伸びる。

ガス入口手段は、現状領域86と連絡する導管58からなる。ガス入口手段は選ばれた圧力の非反応性ガス雰囲気を試料採取チェンバー34内に与え、内側ハウジング78を貫流し、アーク領域84を貫流して試料採取チェンバー34に入るガスの流れを生じる。

電極46および内側ハウジング78の特定の配置により、電極46と液体アリコートの自由表面55の間の基準ギャップ距離72を検出するための正確な指示手段が与えられる。操作に際しては、ガスが内環86に入り、内側ハウジング78および試料採取チェンバー34内に選ばれた圧力を与え、プローブ71が溶融物36中へ挿入される。溶融物中の一定の深さにおいて、液面55が上昇して内側ハウジング末端部分94に接触し、内側ハウジング78からのガス流を遮断するであろう。

36の密度の関数である。しかし必要な運動量は当業者が容易に計算できる。プローブ71の垂直並進運動は、目的とするスパークギャップを設定するのに必要な厳密なガス圧を検査せずに、有利にスパークギャップ76を設定する。本発明の好ましい実施態様においては、スパークギャップ76は約3〜5mmである。いずれにしろ、プラズマ励磁器により最も安定な、利用可能な信号強度を与える最適なスパークギャップ設定は、採取される液体の個々の組成に依存するであろう。

アーク領域84のガス流を制御するための流動制御手段は、環86に与えられる調節されたガス圧、分離ギャップ距離74、ハウジング78中へのガス入口手段の形状、および出口導管60から排出される際の調節された流速からなる。これらの要素が一体となつて、エロゾル粒子を表面55および液体アリコート50から集めて掃去するのに十分な流速82を与える。

ガス流の最初の停止は、電極46と表面55の間のギャップが“不履行(default)ギャップ”距離72に等しいことを示す。ガスの流れが停止する正確な深さは、環86内の圧力および溶融物36の密度の関数である。一定の溶融物(液体)組成については、ガス流の遮断が起こる深さは当業者が容易に計算でき、流入ガス圧を調節器90で調節することにより変化させる。

基準ギャップが検出されると、ギャップ設定手段92が電極46と表面55の距離を基準となる“不履行”ギャップから、選ばれたスパークギャップ距離76へ選択的に変化させる。ギャップ設定手段92は、たとえばプローブ71を矢印方向に選択的に上下に移動させる操作機構からなる。ギャップを付加距離74だけ増大させてスパークギャップ76となすために必要な上向きの運動量も、内側ハウジング78内の圧力および溶融物

輸送および出口手段は、外環87を経てチェンバー34と連絡する出口導管60からなる。この輸送手段はガス流およびエロゾル試料を試料採取チェンバー34から排出させる方向へ向ける。導管10を經由するガス流は、エロゾルを移動させ、分析手段へ導く。

本発明の他の観点は、内側ハウジング78およびアーク領域84を通過するガス流を生じるプローブ形状である。特に入口導管58が半径方向に内側ハウジング78の一方側へ偏り、内側ハウジング中へ接線方向のガス流成分を与えるべく選択的な角度をなす。その結果、流入ガス流はハウジング78に対して渦状の周速成分を生じる。この渦流ガスは縦方向にハウジング78を貫流し、アーク領域84を貫流して、スパークにより生じたエロゾル粒子を効果的に集め、これらを実アリコート50から出口管60の方へ掃去する。ガス流の操作は、末端部分から出る(およびこの周辺の)流速82が少なくとも約10cm/秒である場合に特に効果的である。

特開昭62-11130 (11)

本発明のさらに他の観点においては、試料採取チェンバー34内のガス圧がプローブ71を溶融物中へ挿入する際に選択的に制御される。試料採取チェンバー内の圧力は、プローブ71が移動して基準ギャップ位置を確立する間は、チェンバーを貫流するガス流を減少させるべく調整される。試料採取チェンバーのガス圧を低下させると溶融物中へのガスの吹込みが有利に減少し、試料採取チェンバー34内における液体材料の動揺および飛散が少なくなり、プローブをより正確に基準ギャップ位置に設定することができる。長期間のスパーク発生および試料採取ののちには、スパーク陽極が汚染し、異常な量のエロゾル試料を生成し始める。従つて、分光計による分析信号の強度も異常になる。陽極の汚染を除去し、信号強度における望ましい安定性を回復するためには、プローブ71をスパークギャップ設定位置からこれよりも大きな他の設定位置へ移動させ、陽極からスパークを発生させる。この処置で汚染を効果的に除去することができる。こののち、プローブ71

している。電極46は内側ハウジング78に対し縦方向に移動可能であり、スパーク電極放電部120と液体アリコート自由表面の間でアーク放電すべく構成されている。これにより、チェンバー34に含まれる非反応性ガス中の上記材料の粒子からなるエロゾル試料が生成する。スパーク電極調整手段、たとえばマイクロメータ型調整装置106がスパーク電極46を内側ハウジング78の軸方向長さに沿つて縦方向に選択的に配置して、電極46の放電部120を内側ハウジング78の試料採取用末端部118からよりも液体自由表面から離れた位置に選択的に配置する。ガス入口手段、たとえば導管58が選ばれた圧力の非反応性ガス雰囲気を試料採取チェンバー34内に与える。ガス入口手段がさらに、内側ハウジング78を貫流し、アーク領域を貫流し、そして試料採取チェンバー34を貫流するガスの流れを与える。出口手段、たとえば導管60がガスおよびエロゾル試料の流れをチェンバー34から排出する方向に向ける。

を目的とするスパークギャップに再設定し、試料採取を再開する。他の方法の場合、プローブに与えられる電力の極性を逆転させ、この変更した電力によりプローブ内でスパークを生じさせることによつて、スパーク陽極から汚染を除くことができる。この場合、生じる逆方向の電流により汚染が除かれる。

第12図は本発明の他の形態の断面略図を示す。試料採取用プローブ71は、その底部近位末端部180において試料採取チェンバー34を定める外側プローブハウジング32を含む。開口40からなる入口手段が散状材料36のアリコートを試料採取チェンバー34に導入する。内側ハウジング78がプローブハウジング32の内側に位置し、これに対し縦方向に移動可能である。プローブハウジング支持員子112およびC-保持装置102が内側ハウジング78をプローブハウジング32の軸方向長さに対し縦方向に選択的に配置する。スパーク電極46が内側ハウジング78の内側に配置され、試料採取チェンバー34と連絡

本発明の好ましい形態においては、プローブハウジング32および内側ハウジング78は中空円筒の形状をもつ。さらに、内側ハウジング78はプローブハウジング32およびスパーク電極46と実質的に同軸に位置する。

プローブハウジング32はその末端部に強固に付着したプローブハウジング支持員子112を含む。支持員子112はプローブキャリアー114に取付けられる構造をもつ。保持装置ねじ機構116が支持員子112を実質的にキャリアー114内に固定した状態に保つ。ハウジング支持員子112およびキャリアー員子114は適切な材料、たとえば黄銅またはステンレス鋼から構成される。管状金属コイル110がハウジング支持員子112にらせん状に巻きつき、冷却液、たとえば水を導通すべく構成されている。冷却コイル110はプローブ71内の過度の温度上昇を最小限に抑える。

内側ハウジング78は外側プローブハウジング32に対し縦方向に滑動可能であり、頂部支持部

特開昭62-11130 (12)

132を含む。これはプローブハウジング支持員子112の末端104を通過して伸長しうる。頂部104はそこに形成された複数の実質的に平行な円周溝100をもつ。クランプ手段、たとえばC-保持装置クリップ102がプローブハウジング支持員子と溝100のうち少なくとも1個を選択的にめ合わせて、内側ハウジングをプローブハウジング32に対して選ばれた実質的に一定の位置に保持する。

電極調整手段はねじ駆動機構、たとえばマイクローモーター106を含み、これは電極46をスパークさせるべく接続され、内側ハウジング78の軸方向長さに対して縦方向に滑動すべく構成されている。測定手段、たとえばデジタル型表示器108がスパーク電極46と内側ハウジング78の間の相対的な縦方向位置を表示する。より詳細には、測定手段は電極スパーク放電部120と内側ハウジング78の試料採取部の間の相対的な縦方向分離ギャップを表示する。

多孔質の、または穿孔をもつ員子122はガス

を通過させることができ、スパーク電極46を内側ハウジング78の中心に保持するのを補助する。本発明の特定の実施態様においては、内側ハウジング78が最上(最も内側)位置にあると、末端部118がプローブハウジング32の開放端40から内側へ約2インチ(約5cm)に位置する。さらにスパーク電極46が最上位置にあると、電極46のスパーク放電部が内側ハウジング78の開放端118から内側へ約0.75インチ(約2cm)に位置する。

本発明の他の観点においては、プローブハウジング32が導電性の炭化ケイ素系耐熱材から構成される。適切な材料はカンタル・フーネス・プロダクツ(コネチカット州ベセル)から得られる。プローブハウジングが炭化ケイ素から構成される場合、別個の外側電極48を省略できる。炭化ケイ素製プローブハウジング32がスパーク発生装置7により与えられる電源に適切に接続しているならば、これが外側電極として機能しうる。

有利には、本発明の装置は溶融金属の組成を溶

融物中の種々の位置および深さにおいて迅速かつ効果的に分析することができる。これを行うためには、ガス圧を高めて溶融物の金属静圧ヘッドを越えさせ、チエンバー34からオリフィス40を経て先きの金属試料をパージする。この高められたガス圧およびガス流により、残存エロゾルもこのシステムから導管62を経てパージされる。次いでプローブ70を目的位置に移動させ、チエンバー34内のガス圧を本発明に従って調整して、新たな溶融金属試料をチエンバー34中へ導入する。次いでこの新たな試料を前記の様式で分析する。この操作を所望により反復して、溶融物の均質性に關するデータを求め、また時間の関数としてのその組成を監視することができる。

以下の例は本発明をより十分に理解するために提示される。本発明の原理を説明するために示された特定の技術、条件、材料、割合、および報告されたデータは例示であつて、本発明の範囲を限定するものと解すべきではない。

例 1

鉄基合金をろつぽで溶融し、成分元素を現場用プローブで測定した。プローブは中空円筒状の外側ハウジング、およびこれと同軸に配置された管状の内側ハウジングから成つていた。スパーク電極は内側ハウジングと同軸に固定配置され、内側ハウジングの下端を過ぎて下方へ伸びていた。外側ハウジングはスパーク電極の末端を過ぎて下方へ伸びていた。この形状は、スパーク電極の末端と外側ハウジング内へ導入された導電性溶融液の表面との間のスパークギャップを厳密に設定する手段を提供しなかつた。加圧された気流は内側ハウジングを貫流し、スパーク電極の末端を通過する方向に向かつた。加圧されたガス流は次いで内側ハウジングと外側ハウジングの間の環を経て移動し、出口から排出され、これによりスパーク電極と外側ハウジングの溶融金属の自由表面との間で放電したスパークによつて発生したエロゾル粒子を輸送した。プローブを鉄基合金溶融物中へ下降させ、外側ハウジングの末端の周囲にガスを泡立たせることによりパージした。次いで、泡立

特開昭62-11130 (13)

ちが停止するまでガス圧を低下させると、熔融金属のアリコートが外側ハウジング内へ、スパーク電極の末端よりも若干低い水準にまで流入した。アリコートと電極の間のスパーク放電により粒子のエロゾルが生成し、これは加圧されたガスの流れにより、誘導カップリングしたアルゴンプラズマの方へ掃去された。プラズマはエロゾル粒子を励起して、鉄元素に特徴的な波長375 nmにおける発光を生じた。

第6図は、時間の関数として任意単位(a. u.)で測定された相対信号強度のプロットの代表例を示す。一貫した安定な信号強度は維持されなかつた。

例 2

63.74重量% Sn-35.83 Pb-0.2197 Sb-0.0929 Cu-0.0008 Zn-0.0047 Fe からなるはんだをるつぽ内で溶融した。第5図に代表例を示す形状をもつプローブを用いてエロゾル試料を生成させ、このエロゾル試料をガス流により、誘導カップリングシ

トの代表例を示す。第9図は、銅元素に特徴的な波長324.75 nmにおける発光に関する、信号強度対時間のプロットの代表例を示す。数分間という長期間にわたる多重トレースが第9図の定常状態部分に認められた。これらのプロットは本発明の方法および装置を用いて得られた。これらのプロットから本発明の方法および装置がはんだ合金の金および銅成分に特徴的な波長において安定な定常状態の信号強度を生じうることが明らかである。

例 5~8

第10A~10D図は鉛(Pb)、銅(Cu)、アンチモン(Sb)およびスズ(Sn)の元素に関して、有効濃度(%)の関数としての測定された濃度(%)のグラフの代表例を示す。

これらの実験中に例2に記載したはんだの個々の元素成分は下記の範囲内で変化した。

Sn	63.74	—	74.14	重量%
Pb	35.83	—	24.20	重量%
Cu	0.2197	—	1.49	重量%

したアルゴンプラズマへ輸送した。プラズマがエロゾル粒子を励起して、はんだの構成元素に特徴的な発光スペクトルを生じた。本発明の方法および装置を用いることにより正確なスパークギャップが設定され、維持された。

第7図は、スズ元素に特徴的な波長308.28 nmにおける発光に関する、時間の関数としての信号強度のプロットの代表例を示す。曲線の“開始”部分はスパークにより溶融はんだからエロゾルが発生し始めるのに伴って信号強度が増大するを示す。プロットの“定常状態”部分は、試験分析期間中、信号強度が維持されたことを示す。プロットの“停止”部分は、エロゾルの発生が停止した時点で信号強度が低下したことを示す。本発明の方法および装置は安定な、実質的に一定の信号強度を維持することができ、これは容易に分析できた。

例 3および4

第8図は、金元素に特徴的な波長267.60 nmにおける発光に関する、信号強度対時間のプロッ

Cu 0.0929-0.0629 重量%

測定された濃度(%)は、内部基準に対する比率を求めることにより定められた。これらの例においては、比率はスズが発する240.82 nmの波長に関して求められた。内部基準に対する比率を求める方法は、励起された被分析体試料から発生する総信号強度における変動を補償する。この方法は当技術分野で周知である。

垂直なハッシュマークは、測定された濃度のシグマ標準偏差1種を示す。垂直ハッシュマーク上の点は、標準偏差内の中心点を示す。測定されたデータが対角線に近接することは、本発明の方法および装置を用いて得た分析値がきわめて正確であることを示す。標準偏差の値が小さいことは、濃度測定値が再現性をもつことを示す。

例 9

第11図はスパーク刀の関数としての信号強度のグラフを示す。溶融はんだ合金の試料中に認められる銅、ビスマス、金、スズおよび鉄元素につき信号強度を示す。本発明の方法および装置は、

特開昭62-11130 (14)

信号強度とスパーク力の間ではほぼ直線関係を示す点で有利である。直線関係はスパーク力40〜80において特に明瞭である。

以上、本発明をかなり十分に詳述したが、これらの詳述に固執する必要はなく、各種の変更および修正が当業者には自明であり、これらがすべて特許請求の範囲に定められた本発明の範囲に含まれることは理解されるであろう。

4. [図面の簡単な説明]

第1図は分光分析システムの略図を示す。

第2図は本発明の装置の略図を示す。

第3図は本発明の現場用プローブの略図を示す。

第4図は本発明のプローブの縦断面略図を示す。

第5図は他のプローブの断面略図を示す。

第6図はスパークギャップの調節が不適切である状態に関する、時間の関数としての分析器出力信号強度の代表的プロットを示す。

第7図はスズ(Sn)を含有する溶融物試料に関する、時間の関数としての分析器信号強度(波長303.28nmの)代表的プロットを示す。

第8図は金(Au)を含有する溶融物に関する、時間の関数としての信号強度(波長267.60nmの)の代表的プロットである。

第9図は銅(Cu)を含有する溶融物に関する、時間の関数としての信号強度(波長324.75nmの)の代表的プロットである。

第10A-10Dは溶融はんだに含有される4種の元素に関する、有効検限の関数としての測定誤差の代表的プロットを示す。

第11図はエーロゾル生成スパークに供給された電力の関数としての分析器の信号強度の代表例を示すグラフである。

1: 試料採取手段; 2: 励起手段;

3: 検出手段; 4: 分光計;

5: 試料; 6: 試料採取手段;

7: スパーク発生手段; 8: スパーク;

9、10: 導管; 12: ガス供給源;

14: チェンバー; 16: プラズマトーチ;

17: 高周波発生装置; 18: 発光スペクトル;

19: フィードバック手段; 20: 入口スリット(分光計);

22: 反射・回折格子;

26: 光電子増倍管;

30: コンピューター;

32: ブローハウジング;

36: 溶融物;

38: 弁;

41:

44: リード線;

48: 外側電極;

52: アーク;

55: 液体自由表面;

58: 導管;

61: ガス出口開口;

63: 弁;

68: 開口;

71: プローブ;

74: 付加距離;

78: 内側ハウジング;

84: アーク領域;

87: 外環;

24: 出口スリット(分光計);

28: 積分手段;

31: 弁;

34: 試料採取チェンバー;

37: スラッグ腔;

40: オリフィス;

42: レベル検出器;

46: スパーク電極;

50: 試料アリコート;

54: ノズル;

56: 電気絶縁体;

60: 導管;

62: 導管;

66: 環;

70: プローブ;

72: 基準ギャップ距離;

76: スパークギャップ距離;

82: 流速(ガス);

86: 内環;

88: モニター;

89: モニター;

90: ガス調節器;

92: 操作部(ギャップ設定手段);

94: 内側ハウジング末端;

100: 溝;

102: 保持装置座金;

104: 頂部;

106: マイクロメータ;

108: デジタル型表示器;

110: 冷却コイル;

112: ブローハウジング支持員子;

114: ブローブキャリアー; 116: ばね機構;

118: 試料採取用末端部; 120: 放電部;

122: 多孔質(穿孔)員子;

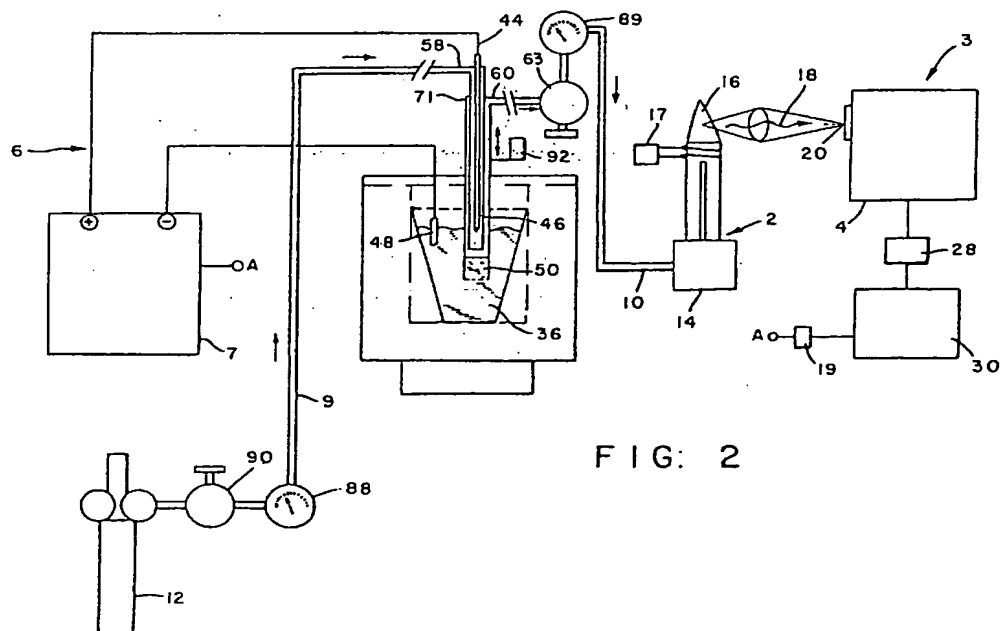
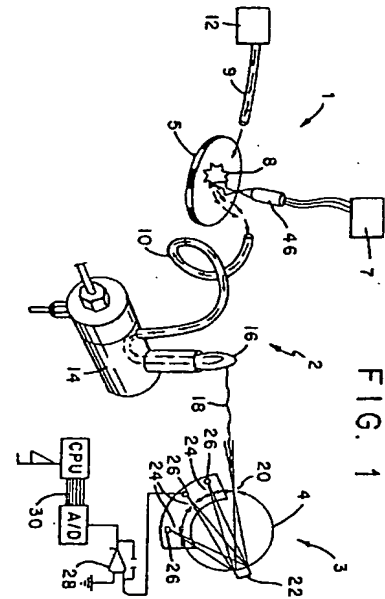
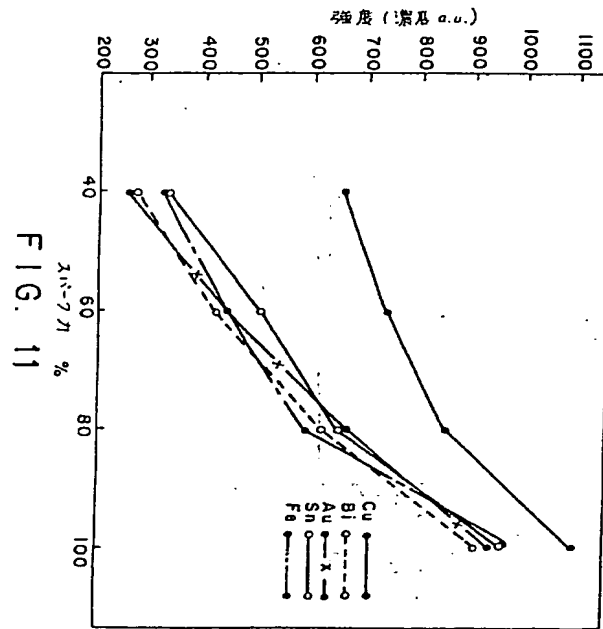
130: ブローブ末端; 132: 頂部支持部。

代理人 弁理士 湯 浅 森



(外5名)

特開昭62-11130 (15)



特開昭62-11130 (16)

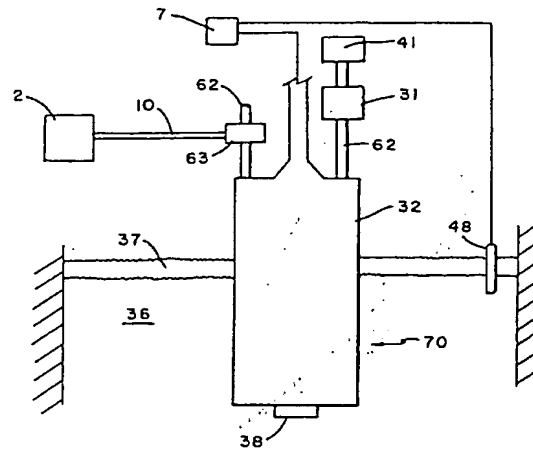


FIG. 3

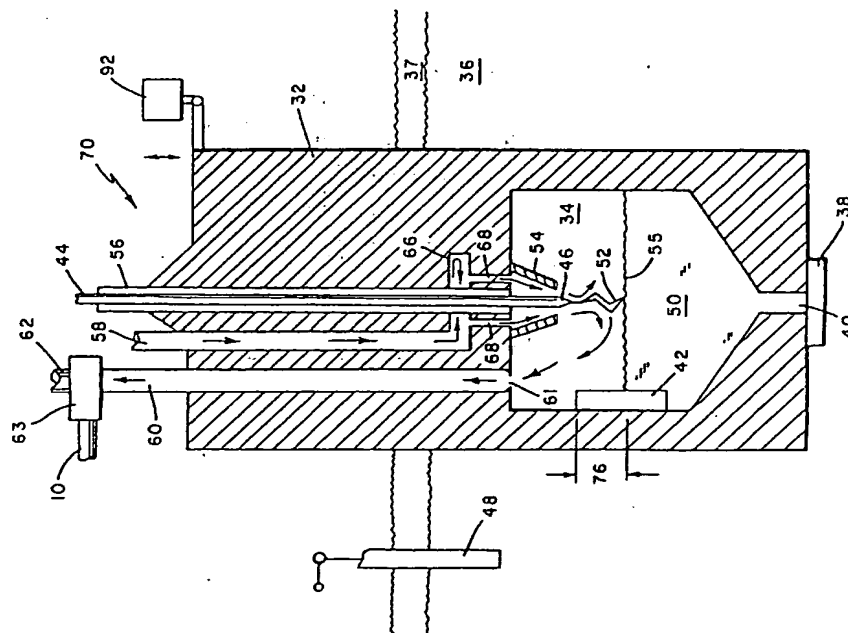


FIG. 4

特開昭62-11130 (17)

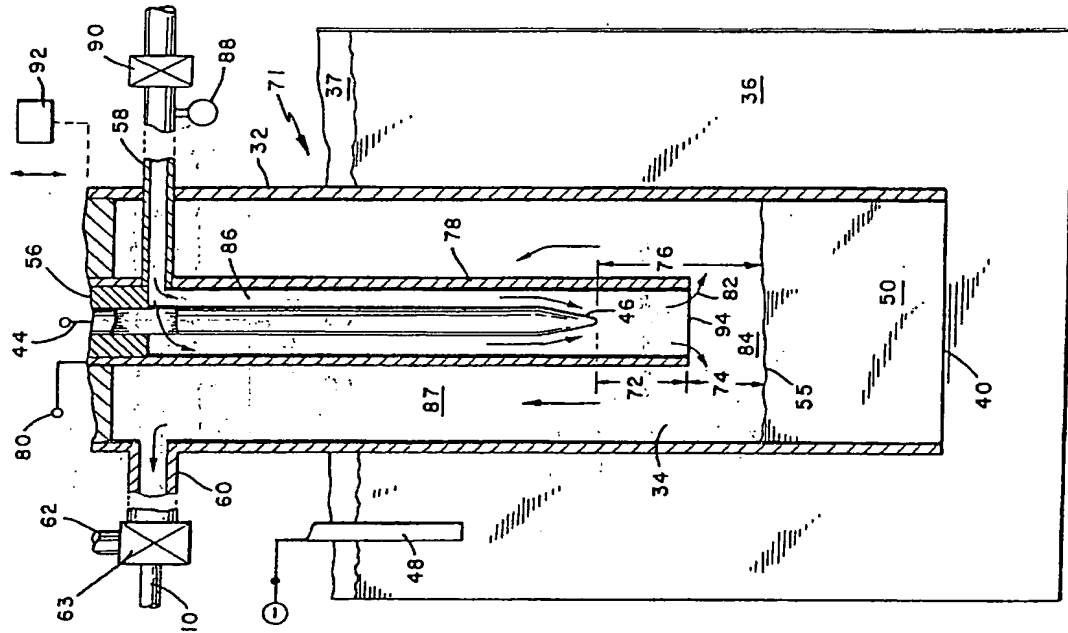


FIG. 5

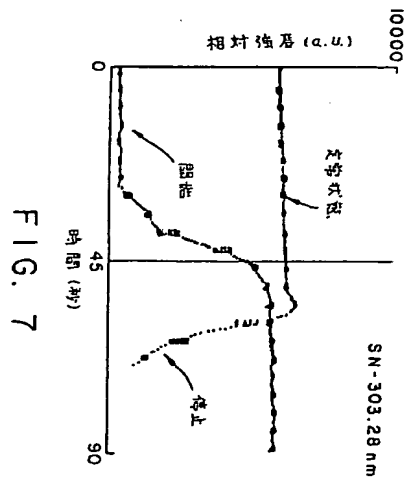
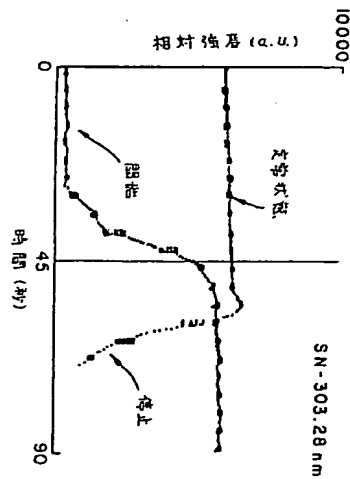
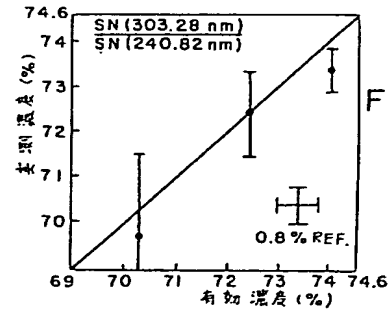
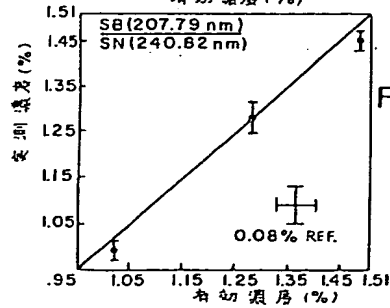
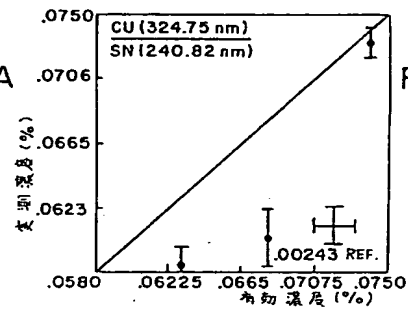
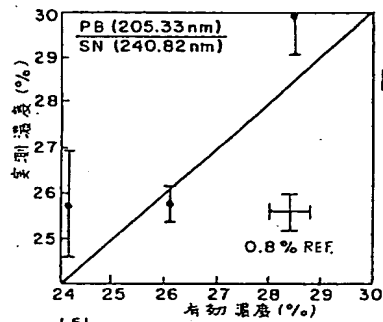
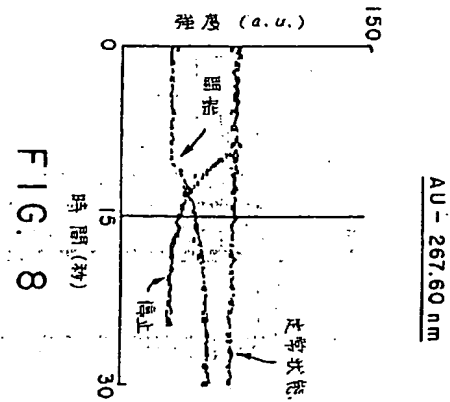
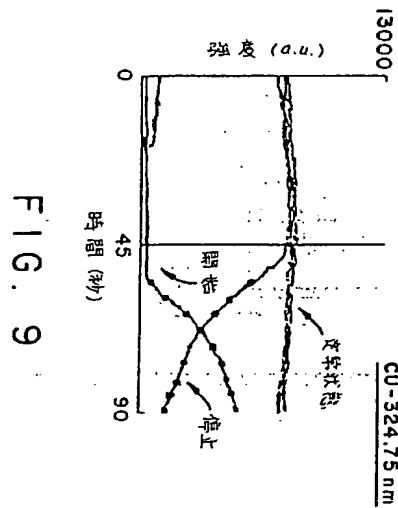


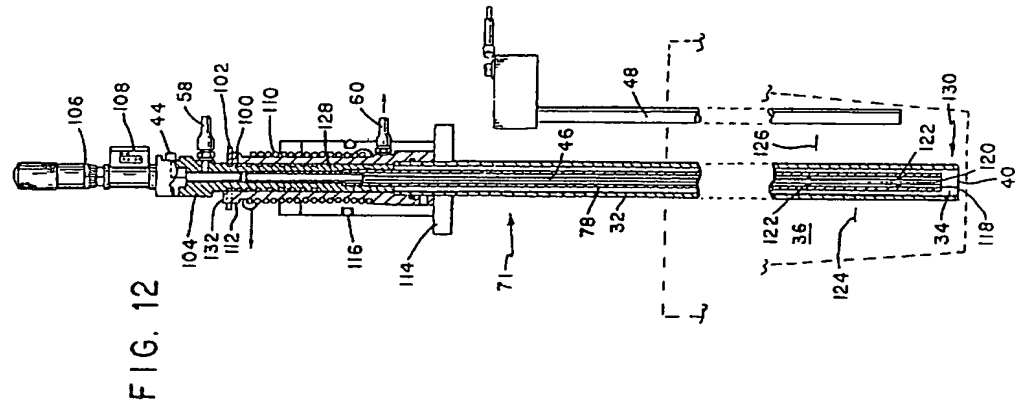
FIG. 7



特開昭62-11130 (18)



特開昭62-11130 (19)



手続補正書(方式)

昭和61年8月9日

特許庁長官 黒田 明雄 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第56013号

2. 発明の名称

液状導電性材料の現場分析

3. 補正をする者

事件との関係 出願人

住所

名称 フライド・コーポレーション

4. 代理人

住所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号

新大手町ビル 206号室

氏名 (2770) 弁理士 湯浅 恭三

5. 補正命令の日付 昭和61年7月29日(発送日)

6. 補正の対象

明細書の(図面の簡単な説明)の欄

7. 補正の内容

1. 明細書第52頁第7～9行に「第10A………示す。」とあるのを、次の通りに訂正する。

『第10A図乃至第10D図は溶融はんだに含有される4種の元素に関する、有効濃度の関数としての測定濃度の代表的プロットを示す。』

2. 同第52頁第12行と第13行との間に下記を挿入する。

『第12図は調節できる内側ハウジングと調節できるスパーク電極を有する本発明のプローブの構造を長さ方向に切断したときの断面図で示した図である。』

以 上

